

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(3)

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 52-066885

(43)Date of publication of application : 02.06.1977

(51)Int.Cl.

B01J 1/24

B01J 13/00

(21)Application number : 50-144219

(71)Applicant : AJINOMOTO CO INC

(22)Date of filing : 01.12.1975

(72)Inventor : HONMA MASAO  
SAITO TATATOMI  
MATSUZAWA YOSHIMASA  
NINAGAWA SADAYOSHI  
TAKESADA MASAHIKO  
TAKEHARA MASAHIRO

## (54) GEL COMPOSITION CONTAINING WATER SOLUBLE ORGANIC MEDIUM

(57)Abstract:

PURPOSE: To make hydrophilic toiletries, pharmaceuticals, paints, etc. gel by adding a proper amount of specific N-acylamino acid ethanolamides to mixtures based on water soluble mediums which are liquid at normal temperature or a mixture of the mediums and water.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



特 許 第 (3)

昭和50年 12 月 7 日

特許庁長官 斎藤 英 雄 殿

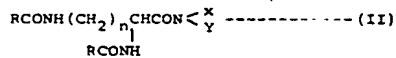
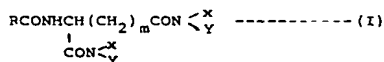
1. 発明の名称  
水溶性有機媒体含有ゲル状組成物
2. 発明者  
住所 神奈川県川崎市高津区子母沢170-7  
氏名 本間 正 男 (外5名)
3. 特許出願人  
郵便番号 104  
住 所 東京都中央区京橋1丁目6番地  
電話番号 東京(03)272-1111番(代表)  
名 称 (006) 味の素株式会社  
代表者 取締役社長 渡辺 文 蔵
4. 添付書類の目録  
(1) 明細書 1通  
(2) 図書副本 1通

明 細 書

1. 発明の名称 水溶性有機媒体含有ゲル状組成物

2. 特許請求の範囲

常温で液状を呈する水溶性有機媒体又は水溶性有機媒体と水との混合物を主成分とする混合物に下記一般式(I)又は(II)で示されるN-アシルアミノ酸エタノールアミド類の一種又は二種以上を適量含有することを特徴とするゲル状組成物。



(但し、式中 RCO- は炭素数8乃至18の脂肪族アシル基、mは1又は2、nは2、3又は4、Xは -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH、Yは -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH 又は

⑬ 日本国特許庁

公開特許公報

⑪特開昭 52-66885

⑬公開日 昭52.(1977) 6. 2

⑫特願昭 50-144219

⑭出願日 昭50.(1975) 12. 1

審査請求 未請求

(全5頁)

庁内整理番号

6917 4A  
7433 4A

⑮日本分類

B01B82  
B01D21

⑯ Int. Cl<sup>2</sup>

B01J 1/24  
B01J 13/00

識別  
記号

Hを示す。)

3. 発明の詳細な説明

本発明は、常温で液状を呈する水溶性有機媒体(以下、単に水溶性媒体という)、又は水溶性媒体と水との混合物を主成分とするゲル状組成物に関するものであり、その目的とするところは、常温で液状を呈する親水性の各種化粧品、医薬品、農薬、接着剤、塗料等をゲル化せしめて、その流動性を適度に抑えることにより、多様化した使用目的に合致したゲル状組成物を得ることにある。

従来、有機媒体を含まない水性ゲルには、ゼラチン等の蛋白質、澱粉等の炭水化物、ポリアクリルアミド等の親水性合成高分子等を用いたものがよく知られている。

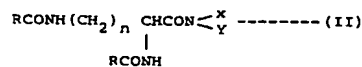
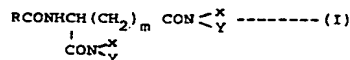
一方、水に溶解しない油類のゲルとしては、多価アルコールとベンズアルデヒドの縮合物、各種N-アシルアミノ酸誘導体類、金属石けん、澱粉又はセルロースの脂肪酸エステル等を配合したものが提案されており、その他にも〇/〇型の界面活性剤と少量の水でクリーム乃至ゲル状のものが得

られている。

しかしながら、水溶性媒体又は水溶性媒体と水との混合物を主成分とするゲル状組成物の例は少なく、(1)金属石けんによるアルコール類をゲル化せしめた固型燃料、(2)多価アルコールとベンズアルデヒドの縮合物を用いた水アルコールをゲル化せしめた例、或いは(3)高分子化合物を用いた例が見られるが、(1)の場合にはゲル化せしめるには多量の金属石けんを用いる必要があるため化粧品に用いた場合には、品質上この場合があり、(2)の場合には、通常のゲル化剤に対するゲル化剤の溶解度が低いため、汎用性に欠けるきらいがある。また(3)の場合にも、媒体の種類によつて、多量の高分子化合物を添加する必要があるため、媒体以外の成分との相溶性に欠ける場合が多い等の問題がある。

本発明者は、各種水溶性媒体、又はこれら水溶性媒体と水との混合物をゲル化せしむる能力のある物質を鋭意探索した結果、下記一般式(I)及び(II)で示されるN-アシルアミノ酸エタノールアミド

類(以下、当該ゲル化剤という)は、特に上記媒体をゲル化せしむる能力が大であることを見出し、本発明を完成した。



(但し、式中 RCO- は、炭素数8乃至18の脂肪族アシル基、m は1又は2、n は2、3又は4、

X は -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH、Y は -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH 又はHを示す)

又、■上記一般式で示されるN-アシルアミノ酸誘導体は、水に不溶の各種有機媒体をもゲル化する能力を有する。

本発明において、ゲル化剤として使用されるN-アシルアミノ酸エタノールアミド類のうち、一般式(I)で示されるものは、アスパラギン酸又はグ

ルタミン酸の誘導体であり、一般式(II)で示されるものは、α、γ-ジアミノ酸、オルチニン又はリジンの誘導体である。

いずれの場合にも、これらのアミノ酸は光学異性体のD、Lのいずれでもよい、またD体であってもよい。また、いずれの場合にも、これらアミノ酸のアミノ基はすべてN-アシル基によりアシル化され、カルボキシ基はすべてエタノールアミン又はジエタノールアミンによりアミド化されている。

当該ゲル化剤の製法としては、いずれの場合にも、上記の酸性又は塩基性アミノ酸、脂肪族アシルハライド等のアシル化剤とアシル化剤のうちメチルエステル化のエステル化を経てエタノールアミン又はジエタノールアミンと反応させるか、N-アシルアミノ酸のエタノールアミン塩又はジエタノールアミン塩をホリン等の塩基の存在下に又は無触媒体に直接反応させる方法、或いは

アミノ酸のエタノールアミド又はジエタノールアミドをアシル化する方法がある。

また不純物ではあるが、当該ゲル化剤を含む混合物を得る方法としては、例えばN-アシルグルタミン酸α、γ-ジアミド、N-α、N-γ-アシルリジンアミドの如く上記一般式においてX、Yの両方がHであるN-アシルアミノ酸アミドにエチレンオキサイドを反応させる方法もある。

一般式(I)、(II)において RCO- としては炭素数8乃至18の直鎖及び分枝の飽和脂肪族アシル基の場合、ゲル化能力が大きい。

本発明にいう水溶性媒体とは、単独では室温で液状を呈し、且つ室温における水中の溶解度が5%以上のものであつて、例えば、メタノール、エタノール、ブタノール、エチレングリコール等のアルコール類、ホルマリン、アセトアルデヒド等のアルデヒド類、アセトン等のケトン類、ジオキサン、テトラヒドロフラン、セロソルブ等のエーテル類、プロピルアミン、ブチルアミン、エタノールアミン、エチレンジアミン等のアミン類、ジ

メチルホルムアミド、N-メチルピロリドン等、アミド類、或いはアセチクロトン、アセニトリル等、およびこれら二種類の混合物が用いられる。

当該ゲル状組成物中の各成分の組成比は、使用目的、並びに水溶性の種類の及びこれら以外のオ3成分の種類の異なるが、水溶性媒体とオ3成分の種類の及び、使用目的に応じてあらかじめ定められている場合には、当該ゲル化剤の種類と並び水の量とを任意に選ぶことによつて、任意のゲル状組成物を得ることができる。

一般には、ゲルの硬さは添加の量が多い程大となるが、多量に析出することがある。通常は、1〜10部の範囲内で加えるのがよい。

当該ゲル状組成物中の水溶性媒体とオ3成分は、その使用目的に応じて、任意の組成比から1種類以上を任意に選ぶことができるが、その組成比は、当該ゲル化剤の特性によって異なる。

しめるためには、30重量部以下であることが望ましい。オ3成分は必ずしも媒体に溶解している必要はなく、粒状、粉末状の固体、もしくは分散した液体であつてもよい。これらのオ3成分の例としては、各種の無機・有機薬品、即ち医薬、農薬、肥料、樹脂、染料、顔料、香料、界面活性剤、触媒、金属粉末等があげられ、更に、例えばこれらの安定剤として酸化防止剤、紫外線吸収剤、防腐剤等が加えられていてもよい。

当該ゲル状組成物を調製するためには、必要な各成分を液状で混合したのちゲル化させるための工夫と、添加すべきゲル化剤を均一且つ完全に溶解させることが必要である。そのために、通常はゲル化剤の溶剤もしくは当該ゲル状組成物成分の一つ（例えば水溶性媒体）に当該ゲル化剤を室温又は加熱下に溶解させたのち、他の成分に加えて均一にかきませ静置する方法、或いは、ゲル化剤を除く全成分を混合したのち、ゲル化剤を加えて加熱溶解させ、静置冷却してゲル化させる方法等がとられる。

以下実施例によつて具体的に説明する。  
なお、組成比はすべて重量比とする。

#### 実施例 1.

オ1表に示す各種水溶性媒体とオ3成分の混合液を、100mlの各種N-アシルアミノ酸エチレンジアミンに1gを加熱溶解させ、熱時に100mlの水に流入し、静置冷却してゲル化させる。ゲル化後、5時間放置し、20℃にてゲル化強度を測定する。研株式会社製RUD-1型）のゲル化強度計を用いて、ゲルが破断に至る応力（g/cm<sup>2</sup>）を測定する。その結果、ゲル化剤2部、水溶性媒体98部からなるゲル化強度はオ1表の如くであつた。

オ 1 表

ゲル化剤	水溶性媒体	ゲル化剤名	水溶性媒体名	ゲル化強度 (g/cm <sup>2</sup> )
1	1	N-メチルピロリドン	エタノール	95
1	1	N-メチルピロリドン	メセトン	64
1	2	N-メチルピロリドン	メセトン	225
1	2	N-メチルピロリドン	メセトン	78
1	2	N-メチルピロリドン	メセトン	37
1	3	N-メチルピロリドン	メセトン	56
1	3	N-メチルピロリドン	メセトン	147
1	4	N-メチルピロリドン	メセトン	26
1	4	N-メチルピロリドン	メセトン	45

## 実施例 2

含水量の異なるエタノール 0.5、1、2、5、10  
 ロイール-D-グルタミン酸、アミノ酸、アミノ酸  
 アルミド 1 号加熱溶解した。このとき、1 号の方  
 法で、冷却後のゲル破断率を測定した。表 2  
 の結果から明らかな如く、含水量により  
 ゲルの硬さが異なる。

含水量(%)	0	20	40	100
ゲル強度 (g/cm <sup>2</sup> )	92	液状	液状	106

## 実施例 3

ゲル化剤として、N<sup>α</sup>-ベンジル-L-グルタミン酸  
 -D-レオニチン・ジエタノールアミドを用い  
 ゲル化剤添加量の異なるものを調製した。例  
 1.と同様の方法で試験した。表 3 に示す如く、  
 含水量が多くなるにつれて硬いゲルが得られた。

これに対し、N-ミリトイル-L-アスパラギン酸- $\alpha$ 、 $\beta$ -ジエタノールアミドは  
 上記と全く同一の組成のものを調製した。これに得ら  
 れた組成物は液状であつた。

## 実施例 5. アフターシール

A : 水	1.0 g
ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート (商品名 ニツコール T)	1.0 g
フェノールスルホン酸亜塩	0.5 g
サリチル酸	0.1 g
香料	0.3 g
B : エタノール	1.0 g
N-ミリトイル-L-アスパラギン酸- $\alpha$ 、 $\beta$ -ジエタノールアミド	1.0 g

B の熱溶液を A の均一溶液と、手  
 早く混合したのち、容器に塗布した。このものは室温に  
 乾燥し、硬い膜を得た。このものは非常に透明で、  
 伸びを示した。一方、B の代りにエタノールを用い  
 た組成物は液状であつた。

ゲル化剤 含量(%)	0.5	1	2	5	10
ゲル強度 (g/cm <sup>2</sup> )	12	31	65	145	258

## 実施例 4. 整髪料

A : 水	80 g
ポリアクリル酸ソーダ	0.5 g
B : 水	10.5 g
エタノール	5 g
ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート (商品名 ニツコール TO-10)	1 g
グリセリン	2 g
N-ミリトイル-L-アスパラギン酸- $\alpha$ 、 $\beta$ -ジエタノールアミド	1 g

A を約 70°C に加熱攪拌しながら、加熱溶解し  
 た B の均一溶液 (約 60°C) をこれに加え混合し  
 た。室温にまで静置放冷すると、全体がゲル状に  
 固化した。これを手にとり延ばしたところ、延び  
 もよく、頭髮に対し適度のセツト性を有した。こ

## 実施例 6. 接着剤

ポリビニルピロリドン	2.5 g
メチルセロソルブ	3.0 g
メタノール	4.2 g

上記混合物を加熱攪拌して均一溶液を調製した。  
 このものは室温でも液状を呈していた。これに  
 N<sup>α</sup>、N<sup>β</sup>-ジカプリロイル-L-リジン・ジエ  
 タノールアミド 3 g を加え加熱溶解したのち、静  
 置放冷したところ、固型の組成物が得られた。容  
 器から取り出し、各種の紙に塗布し、紙相互の接  
 着を行つたところ、塗布も均一に行うことが可能  
 で、乾燥後の接着状態も満足すべきものであつた。

特許出願人 味の素株式会社

5. 前記以外の発明者

住 所 神奈川県横浜市戸塚区新町 8 9 0

氏 名 斎藤 忠 臣

住 所 神奈川県横浜市戸塚区 1 4 7 7 - 7

氏 名 松 沢 淑 雄

住 所 神奈川県横浜市旭区白旗 5 7 9 - 6

氏 名 雄 川 貞 好

住 所 三重県四日市市大字日永 5 3 8 0

氏 名 武 貞 正 彦

住 所 神奈川県藤沢市片瀬山 5 1 - 9

氏 名 竹 原 将 博